

Sistema em fluxo retrocontrolado para a decomposição de matéria orgânica em amostras de águas com persulfato sob irradiação de micro-ondas

Marcos Diogo Souza Pereira^{1*}, Mauro Korn²

1. Bolsista IC do DCET - UNEB; *diogocacule@gmail.com

2. Professor do Depto. de Ciências Exatas e da Terra, UNEB, Salvador/BA

Palavras Chave: *Decomposição com micro-ondas; Ponto final de reação; Automação.*

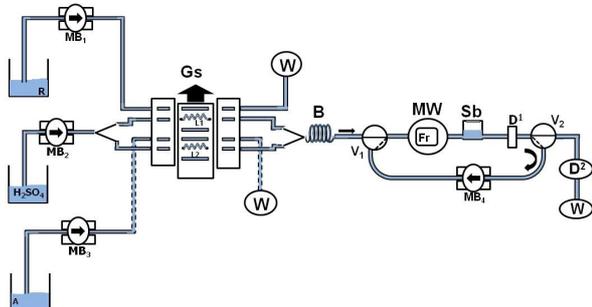
Introdução

O persulfato é um poderoso oxidante ($E^{\circ} = 2,1 \text{ V}$), formado por dois grupos sulfato ligados entre si através de ligação peróxido, o qual é capaz de decompor matéria orgânica gerando CO_2 , H_2O e íons sulfato, mas com baixas taxas de reação.¹ Aqui foi avaliado o efeito da radiação de micro-ondas (2,45 GHz) na decomposição da matéria orgânica pela ação do persulfato em amostras aquosas (chá e águas saborizadas). Porém, estabelecer o final de uma decomposição é uma tarefa complexa, pois a mesma se dá em nível microscópico. Assim, também nesse trabalho foi avaliado o efeito da adição de uma espécie indicadora (MnSO_4 , incolor), para sinalizar ao operador que a matéria orgânica foi decomposta indicada pela coloração violeta característica do permanganato produzido no meio.

Resultados e Discussão

Inicialmente foram realizados ensaios com soluções 10% (m/v) em $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, $0,6 \text{ mmol L}^{-1}$ em MnSO_4 e em meio sulfúrico $0,25 \text{ mol L}^{-1}$ para a conversão de Mn^{2+} a permanganato. A irradiação com as micro-ondas foi feita em forno MEF28 (Electrolux). Foi avaliada uma nova estratégia que permitisse a irradiação das micro-ondas, mas minimizando o efeito térmico sobre os reagentes; assim foram testados gelo e gelo seco para o resfriamento. O processo de decomposição de matéria orgânica foi ajustado para um sistema de análises em fluxo, no qual o sistema para a propulsão das soluções foi controlado por uma interface Arduino². A propulsão das soluções foi feita em tubos de polietileno empregando minibombas solenóide (BioChem Valves). Nos ensaios preliminares com o sistema FIA (Figura 1) foram avaliadas as dimensões da alça de amostragem e da bobina de reação, sendo selecionadas as de 20 e 50 cm, respectivamente. Resultados preliminares indicaram a necessidade da inserção de um separador de bolhas ao sistema para evitar a entrada de bolhas no detector.

Figura 1. Esquema do sistema proposto. R = Coquetel de reagentes. H_2SO_4 = Solução $0,25 \text{ mol L}^{-1}$. A = Amostra. MB_1 , MB_2 , MB_3 e MB_4 = Minibombas solenóide. L_1 e L_2 = Alças de amostragem. Gs = Injetor. B = Bobina reacional. V_1 e V_2 = Válvulas solenóide. MW = Forno de micro-ondas. Fr = Reator. Db = Separador de bolhas. D_1 e D_2 = Detectores. W = Descarte.



Quando os reagentes foram irradiados com micro-ondas, em intervalos de tempo de 15 s, pôde ser observada a formação do íon permanganato devido à mudança da coloração da solução de incolor para púrpura. Diversos ensaios foram realizados para definir a menor quantidade de reagentes e o intervalo de tempo mínimo para a conversão de Mn^{2+} para MnO_4^- .

O resfriamento da solução no forno de micro-ondas com gelo seco foi muito melhor que o observado com gelo, uma vez que ele não impede a interação das micro-ondas com os reagentes, além de resfriar a solução.

Posteriormente foi ajustado o processo de feedback para o controle da decomposição de matéria orgânica de amostras aquosas no sistema em fluxo, visando uma automação do processo. Assim, foi desenvolvido um sistema para monitoração do surgimento da coloração violeta na solução (D_1), sendo selecionada a radiação emitida por um LED verde que atravessava a solução e atingisse um fotodiodo para perceber se houve ou não a formação de permanganato após a solução sair do forno de micro-ondas. A escolha do LED verde foi devido ao fato da absorvância máxima do permanganato estar a 546 nm, região onde uma fração da radiação emitida pelo LED é absorvida. O passo seguinte consistiu em averiguar a possibilidade de automatizar o sistema de injeção de reagente e amostra no sistema de análises em fluxo. Para tanto, foi empregado um servo motor para executar a comutação do injetor entre duas posições. O servo motor foi controlado pela placa Arduino que estabelecia a sua posição e o tempo de comutação.

Conclusões

O novo método de decomposição de matéria orgânica utilizando o gelo seco mostrou-se bastante eficiente. A pré-automatização do sistema FIA proporcionou ao operador uma melhor manipulação das soluções, assim como também a economia de reagentes e produção de menos resíduos.

Agradecimentos

À FAPESB pela concessão da bolsa de iniciação científica e ao NQA (CNPq – FAPESB) pelo suporte financeiro ao projeto.

Referências

[1] PATNAIK, P. "Dean's Analytical Chemistry Handbook". 2ª ed., Ed. McGraw-Hill, 2004, New York.

[2] MONK, S. "Programação Com Arduino: começando com Sketches". 1ª ed. Ed. Bookman, 2013, Porto Alegre.